



Conceptos y guías en diseño de experimentos

Oscar Yesid SUÁREZ PALACIOS

Introducción

Un experimento es una prueba o serie de pruebas...

Los experimentos son ampliamente utilizados para:

- Caracterización de un proceso y optimización
- Evaluación de materiales de proceso
- Diseño y desarrollo de productos
- Determinación de componentes y tolerancia de sistemas

DDE diseño de experimentos - ¿Para qué?

- Reducir el tiempo de diseño o desarrollo de nuevos productos y procesos
- Mejorar el desempeño de procesos existentes
- Mejorar la fiabilidad y desempeño de productos
- Encontrar robustez de productos y procesos
- Evaluación de materiales, diseño de alternativas, ajuste de formulaciones, tolerancia de sistemas entre otros.

El aporte del DDE está en dos frentes:

- 1 La combinación entre factores que se debe usar en la experimentación
- 2 El análisis de los resultados

Importante

- Aleatorización: Ejecutar las experiencias en orden aleatoria para eliminar el efecto de variables que no se analizan o para integrar en el error experimental dicha variación. También para evitar errores de secuencia.
- Replica: Mejora la precisión, de la estimación estadística de efectos y de la estimación del error experimental
- Bloqueo-blocking: Poder identificar y eliminar factores de error o ruido, factores que no interesan en la experimentación

Pasos de la experimentación

- 1 Establecer la hipótesis a analizar o los objetivos que se espera cumplir
- 2 Decidir cuantas variables independientes y dependientes se probarán. No necesariamente un experimento es mejor si se incluye un gran número de variables. Deben incluirse las variables necesarias para probar las hipótesis, alcanzar los objetivos y responder las preguntas de investigación.
- 3 Elegir los niveles de la(s) variable(s) independiente(s) y traducirlos en tratamientos experimentales. Aplicación de diseños.

Pasos de la experimentación

- 1 Implementar los instrumentos y métodos de medición de la(s) variable(s) dependiente(s)
- 2 Planear la ejecución - aleatoriedad y/o bloques
- 3 Realizar los experimentos
- 4 Analizar los resultados. Es posible que según el análisis se deban repetir experimentos
- 5 De acuerdo con las pruebas estadísticas decidir si se detiene o se continua con otro DDE

ANOVA - Analysis of variance, análisis de varianza

Basada en la prueba de Fisher, que compara varianzas.

Por medio de cálculos de varianza ($y_i^2 - y_j^2$) compara la varianza de los resultados de una variable con la "varianza del error".

$$\frac{\frac{S_{variable}^2}{\text{grados libertad variable}}}{\frac{S_{error}^2}{\text{grados libertad error}}} = F_{problema}$$

$$F_{problema} \leq F(glv, gle, \alpha) \Rightarrow H_0 \text{ OK}$$

En cuyo caso la varianza del efecto de la variable es del mismo orden que la varianza del error, luego no es posible identificar si la variable tiene un efecto estadísticamente significativo sobre el sistema. Si el estimativo del error es pequeño no hay problema, si es grande debe repetirse la experimentación incluyendo mas variables o mejorando el método.

REGRESIÓN MULTILINEAL - RML

Se establece un modelo, por ejemplo para tres variables:

$$y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + a_4X_1X_2 + a_5X_1X_3 + a_6X_2X_3 + a_7X_1X_2X_3$$

Se pueden incluir términos potenciales, logarítmicos, exponenciales etc. El método aplica siempre y cuando los coeficientes a_i no se mezclen entre ellos. De esta manera tenemos un sistema lineal:

$$y = \Phi a$$

Ya que el vector de coeficientes \hat{a} es desconocido, con los datos de experimentación (\hat{y}) se pueden estimar con un método matricial:

$$\hat{a} = (\Phi^T \Phi)^{-1} \Phi^T \hat{y}$$

REGRESIÓN MULTILINEAL - RML

El siguiente paso es determinar los intervalos de confianza de cada parámetro:

$$\hat{a}_i - t_{\alpha/2, n-m} (C_{ij} \cdot S_y^2)^{1/2} \leq a_i \leq \hat{a}_i + t_{\alpha/2, n-m} (C_{ij} \cdot S_y^2)^{1/2}$$

C_{ij} son los elementos de la diagonal de la matriz $(\Phi^T \Phi)^{-1}$, y S_y^2 es la varianza calculada entre los datos estimados con el modelo y los datos experimentales, dividido por los grados de libertad ($n-m$).

Si en el intervalo de confianza del parámetro está el valor cero (p.e. $-1,5 \leq a_4 \leq 2,1$) con una significancia estadística de α el parámetro no tiene influencia en el fenómeno.

Si una de las variables es discontinua este análisis se puede ejecutar pero los resultados pueden no ajustarse a la realidad

Diseños factoriales

Hace una combinación de todos los factores en todos los niveles. Si el número de niveles (n) es el mismo para todos los factores (f) el número de ejecuciones es n^f , p.e:

Temperatura, presión y porcentaje de catalizador en tres niveles cada uno:

$3^3 = 9$ ejecuciones, pero deberían ser 18 para cumplir con la réplica.

Diseños factoriales

Los diseños factoriales se pueden analizar con ANOVA o con RML.

Montgomery Douglas C. (2004). Probabilidad y estadística aplicadas a la ingeniería. 2ed. Limusa-Wiley, México

Zivorad, Lazic (2004). Design of experiments in chemical engineering. 1 ed. Wiley VCH, Weinheim.

Ejemplo de diseño factorial

Temperatura: 100, 120 y 140.

Presión: 1, 1.2, 1.4.

% catalizador: 1, 1.5, 2.

La codificación se hace normalmente con saltos de una unidad.

Temperatura -1, 0, 1, etc.

Si es factorial se deberían ejecutar 27 experimentos según la siguiente tabla:

	% cat (-1)			% cat (0)			% cat (+1)		
	T (-1)	T (0)	T (+1)	T (-1)	T (0)	T (+1)	T (-1)	T (0)	T (+1)
P (-1)									
P (0)									
P (+1)									

Diseños incompletos factoriales

Normalmente el número de ejecuciones está limitado por el tiempo, los recursos o el dinero. Entonces si por ejemplo tenemos siete variables en tres niveles deberían ejecutarse 2187 experimentos, dos veces!!!

En estos casos los experimentos recomendados son del tipo factorial incompleto (3^{7-k}).

La selección de cuáles experimentos se seleccionan del total factorial, se hace de manera aleatoria por lo que estos diseños también se pueden encontrar con el nombre de DCA: diseños completamente aleatorios.

Diseños incompletos factoriales

Otra mezcla de factores, cuando se usan dos niveles, son los diseños de Plackett-Burman

Los diseños incompletos o DCA se pueden analizar con ANOVA o con RML.

Montgomery Douglas C. (2004). Probabilidad y estadística aplicadas a la ingeniería. 2ed. Limusa-Wiley, México

Zivorad, Lazic (2004). Design of experiments in chemical engineering. 1 ed. Wiley VCH, Weinheim.

Cuadro Latino

Para tres factores.

Normalmente utilizados para ver el efecto de bloques.

Útiles únicamente cuando se sabe que no hay interacción entre los factores.

Varía dos factores y fija el tercero.

Temperatura: 100, 120, 140,
160

Presión: 1, 1.2, 1.4, 1.6

Reactor: A, B, C, D

	100	120	140	160
1	A	B	C	D
1.2	B	C	D	A
1.4	C	D	A	B
1.6	D	A	B	C

Los diseños de cuadro Latino se analizan con ANOVA.

Los diseños de CL con 4 niveles en los que a uno de los factores se le quita un nivel son diseños de cuadro de Youden

Cuadro Greco-Latino

Para cuatro factores.

Normalmente utilizados para ver el efecto de bloques.

Útiles únicamente cuando se sabe que no hay interacción entre factores.

Varía dos factores y se fijan los otros dos.

Temperatura: 100, 120, 140,
160

Presión: 1, 1.2, 1.4, 1.6

Reactor: A, B, C, D

Operario: 1, 2, 3, 4

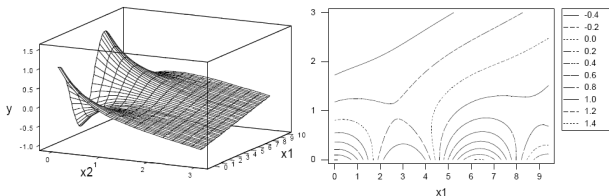
	100	120	140	160
1	A2	B4	C1	D3
1.2	B3	C1	D2	A4
1.4	C4	D2	A3	B1
1.6	D1	A3	B4	C2

Los diseños de cuadro Greco-Latino se analizan con ANOVA.

Superficie de respuesta

Los anteriores tipos de diseño en su mayoría sirven para identificar el efecto de las variables. Cuando se requiere identificar un óptimo es necesario tener un modelo matemático, en cuyo caso solo se puede aplicar análisis con RML.

Lo importante de tener una ecuación es que esta se puede analizar matemáticamente y optimizar.



Superficie de respuesta

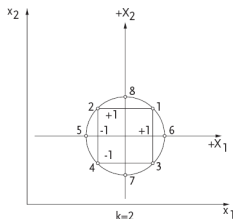
Según la teoría, cumplen con estas condiciones:

- Simetría (el error de estimación es el mismo en todas direcciones)
- Ortogonalidad (Facilita el cálculo de los coeficientes de regresión)
- Rotabilidad (la varianza es la misma en todas las direcciones)

Los diseños más utilizados son Box-Wilson y Box-Benken: compuesto central rotatable, central ortogonal u central ortogonal-rotatable

Superficie de respuesta

Además de los puntos de un diseño factorial utilizan puntos “estrella” que están mas allá de los intervalos seleccionados, lo cual hace que la estimación del modelo en los intervalos seleccionados sea mejor al incluir el comportamiento externo.



Superficie de respuesta

Se debe tener cuidado con intervalos cercanos a cero porque el diseño pedirá ejecutar fuera del área. p.e. Se selecciona como intervalo para el porcentaje de catalizador de 1 a 5 %. En variables codificadas -1, 1, el diseño de superficie de respuesta central rotatable pedirá hacer ensayos a -1.68 y a 1.68. En términos de la variable la equivalencia es -0,36(imposible) y 6,36

Al ejecutar estos diseños por lo general no se hace réplica, para estimar la varianza se realizan varias ejecuciones en el punto central del diseño.

D-optimalidad

Busca la minimización del intervalo de confianza

En términos matemáticos es equivalente a maximizar el determinante del producto $X^T X$, donde X es la matriz de combinación de experimentos.

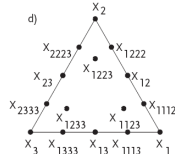
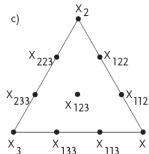
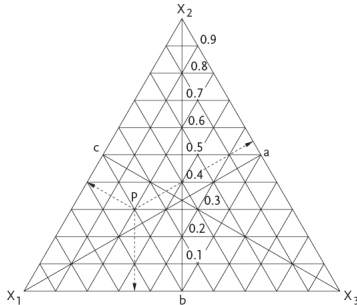
En ocasiones es imposible plantear diseños de experimentos que utilicen variables en intervalos fijos como en los anteriores diseños presentados.

Se puede plantear una matriz de n experimentos posibles de ejecutar en el laboratorio, y aplicar D-optimalidad para encontrar m experimentos a ejecutar.

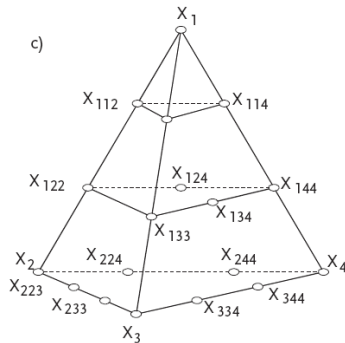
Los análisis se pueden hacer con RML.

Cuando se prueban mezclas

Cuando se va a probar todo el intervalo de composición (0 a 1) se usan los diseños tipo “Lattice” o los de Draper-Lawrence



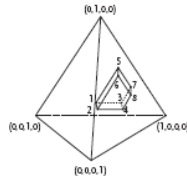
Cuando se prueban mezclas



Los análisis se pueden hacer con RML.

Cuando se prueban mezclas

Cuando se prueba un intervalo para los componentes (p.e. A de 40 a 60 %, B de 10 a 15 % etc), que es lo que ocurre la mayoría de las veces en trabajos de búsqueda de formulaciones, se usa el método de McLean y Anderson.

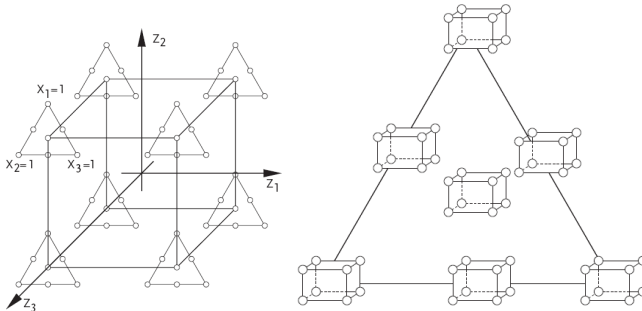


Los análisis se pueden hacer con RML.

Zivorad, Lazic (2004). *Design of experiments in chemical engineering*. 1 ed. Wiley VCH, Weinheim.

Cuando hay que probar factores y mezclas al mismo tiempo

Se mezclan los diseños factorial o superficie de respuesta con los Drapper-Lawrence o McLean-Anderson



Los análisis se hacen con doble RML.

Cuando la experimentación sirve a un modelo no lineal

Si lo que se desea es construir un modelo fenomenológico o en ecuaciones diferencial-integrales, por ejemplo el modelo de un reactor que incluye parámetros cinéticos, transferencia de masa, transferencia de calor y transferencia de momentum, es imposible agrupar todo el fenómeno en una ecuación de parámetros lineales.

Se debe construir un modelo (balances de masa y energía, ecuaciones de transferencia), plantear un diseño de experimentos del tipo que se han mencionado y aplicar **identificación de parámetros**

Cuando la experimentación sirve a un modelo no lineal

En estos casos es frecuente la necesidad de estructuras matemáticas de optimización multiobjetivo como algoritmos evolucionarios.

Identification of parametric models. Walter, Eric y Pronzato, Luc. Paris, 2007. Springer.

Applied parameter estimation for chemical engineers. Englezos, Peter y Kalogerakis, Nicolas. New York, 2001. Marcel Dekker.

van den Bos, Adriaan. Parameter estimation for scientists and engineers. 2007. Wiley.

Abrham, Ajith; Jain, Lakhmi y Golberg, Robert. Evolutionary multiobjective optimization. New York, 2004. Springer

Criterios múltiples - - - Multicriterios

Si lo que se busca es conciliar el resultado de varias respuestas (conversión, viscosidad, color, olor, toxicidad etc.) ANOVA y RML no operan pues funcionan para una sola respuesta. Se debe entonces hacer el análisis sobre un nuevo criterio que agrupe a todos los de interés. Algunos métodos son:

- Deseabilidad-desirability
- Multiattribute utility theory
- Macbeth
- Rough sets
- Promethe
- OWA
- Electre
- Integral de Choquet

Criterios múltiples - - - Multicriterios

Zivorad, Lazic (2004). Design of experiments in chemical engineering. 1 ed. Wiley VCH, Weinheim.

Ehrgott, Matthias y Gandibleux, Xavier. Multicriteria optimization. New York, 2002. Kluwer editors.

B. Roy. Multicriteria Methodology for Decision Aiding. 1996. Kluwer Academic Publishers

Para recordar

- Diseñar y ejecutar un diseño de experimentos puede no ser suficiente.
- α es la probabilidad de cometer el error tipo I: rechazar la hipótesis H_0 siendo cierta. $1 - \alpha$ es la probabilidad de cometer el error tipo II: aceptar H_0 siendo falsa. Si α es bajo tenemos “mayor confianza” pero esto es debido a que al disminuir el valor prácticamente aceptamos H_0
- el p-valor se basa en la prueba F. Busca la probabilidad en que se pierde significancia. Si el p-valor es menor que la significancia estadística seleccionada (p.e. $p\text{-value} \leq 0.05$) la variable tiene influencia en el proceso estudiado.

Libros disponibles en la Universidad de América

- Díaz Cadavid, Abel. Diseño estadístico de experimentos. 2009. 519.5 D543 2009
- Montgomery, Douglas. Probabilidad y estadística aplicadas a la ingeniería. 2009. 519.5 M766p 2009
- Montgomery, Douglas. Diseño y análisis de experimentos. 2003. 001.434 M766d
- Gutiérrez Pulido, Humberto. Análisis y diseño de experimentos. 2008. 001.434 G985

Libros disponibles en la BLAA - Bogotá

- N. A. Armstrong, K. C. James. Understanding experimental design and interpretation in pharmaceuticals . Ellis Horwood, 1990.
- George E. P. Box, William G. Hunter, J. Stuart Hunter. Statistics for experimenters : an introduction to design, data analysis, and model building. John Wiley and Sons, 1987.
- Díaz Cadavid, Abel. Diseño estadístico de experimentos. Editorial Universidad de Antioquia, 2009.
- Humberto Gutiérrez Pulido, Román de la Vara Salazar. Análisis y diseño de experimentos. McGraw-Hill, 2008.
- George W. Snedecor, William G. Cochran. Statistical methods. The Iowa State University Press, 1969.

Software de ayuda

- Design-expert. www.statease.com/software
- Statgraphics. www.statgraphics.com
- Minitab. www.minitab.com
- Stata. <http://www.stata.com/>
- SAS. <http://www.sas.com/technologies/analytics/statistics/>
- Software libre en el que se puede programar:
 - PSPP. <http://www.gnu.org/software/pspp/>
 - R. www.r-project.org
 - Octave. <http://www.gnu.org/software/octave/index.html>
 - Sage. <http://www.sagemath.org/>

!!!Gracias por su atención!!!

Preguntas...

L^AT_EX